

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2001-151579

(43)Date of publication of application : 05.06.2001

(51)Int.Cl.

C04B 38/00  
B28B 3/00  
C04B 35/626  
C04B 41/88

(21)Application number : 11-335575

(71)Applicant : NGK INSULATORS LTD

(22)Date of filing : 26.11.1999

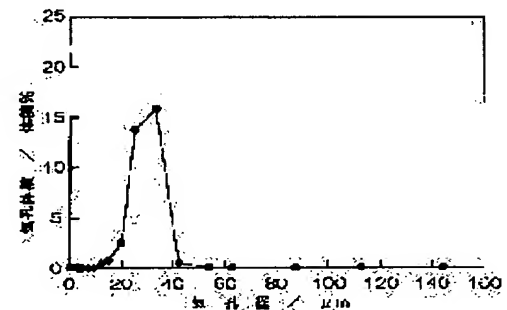
(72)Inventor : HANZAWA SHIGERU  
NAKANO KENJI  
KOMIYAMA TSUNEO

## (54) SILICON CARBIDE POROUS BODY AND METHOD OF PRODUCING THE SAME

## (57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a SiC porous body in which the distribution width of pore diameters is narrow and which has high mechanical strengths and can be preferably used as a matrix material to be impregnated with various metals or the like and a method for producing the same.

SOLUTION: The SiC porous body has four-point bending strength of 10 to 40 MPa, pore diameters being distributed in the range of 5 to 60  $\mu\text{m}$  and a porosity of 30 to 50%.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

## \* NOTICES \*

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

 CLAIMS
 

---

[Claim(s)]

[Claim 1] The SiC porous body characterized by being distributed over the range whose pore diameter is 5-60 micrometers, and having 30 - 50% of porosity while having the four-point flexural strength of the range of 10-40MPa.

[Claim 2] The SiC porous body according to claim 1 characterized by SiC purity being 98% or more.

[Claim 3] The SiC porous body according to claim 1 or 2 to which pore which has a pore diameter within the limits of the reference value concerned of \*\*10 micrometers is characterized by occupying more than 90 volume % of all pores when based on the any value which is within the limits of 20 micrometers - 40 micrometers.

[Claim 4] The SiC particle whose particle size is 10-50 micrometers is included five to 95% of the weight, including the SiC particle whose particle size is 1-5 micrometers five to 30% of the weight. Into the mixture which it comes to contain zero to 70% of the weight, the SiC particle whose particle size is 100-150 micrometers The shaping raw material which comes to add 3 - 20% of the weight of a binder and water, or an organic solvent by the outside ratio to the weight of the mixture concerned The manufacture approach of the SiC porous body characterized by pretreating at the temperature of 550 degrees C or less in inert gas or an atmospheric-air ambient atmosphere, and calcinating further for 0.5 to 5 hours in 2200 degrees C - 2500 degrees C, atmospheric pressure, and Ar ambient atmosphere after fabricating so that it may have the consistency of 1.6 - 2.2 g/cm<sup>3</sup>.

[Claim 5] The manufacture approach of a SiC porous body according to claim 4 that purity of said SiC particle is characterized by being 98% or more on the whole.

[Claim 6] The manufacture approach of the SiC porous body according to claim 4 or 5 characterized by 3 - 10% of the weight of carbon powder being added by the outside ratio to the weight of the mixture of said SiC particle by said shaping raw material.

[Claim 7] The manufacture approach of a SiC porous body given in any 1 term of claims 4-6 to which compacting pressure of said shaping raw material is characterized by being 10-50MPa.

---

[Translation done.]

## \* NOTICES \*

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

DETAILED DESCRIPTION

---

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention] In the ingredient suitably used as a heat sink, a heat-resistant machine part, etc., this invention is a SiC porous body suitably used as a matrix material which sinks in various metals etc., and its distribution width of face of a pore diameter is narrow, and it relates to the large SiC porous body and its manufacture approach of a mechanical strength.

[0002]

[Description of the Prior Art] Silicon carbide (SiC) has the outstanding properties, such as a high degree of hardness, high abrasion resistance, high printing nature, high corrosion resistance, high temperature conductivity, and low specific gravity. The precise sintered compact also has a high mechanical strength (it abbreviates to "reinforcement" hereafter.), therefore has come to be used in extensive fields, such as mechanical seal sliding material, a radiant tube, engine components, and a shelf board for firing furnaces.

[0003] On the other hand, the porous body (porosity sintered compact) of SiC is used as the matrix at the time of forming composite material with a metal, a honeycomb structure object or a filter, etc. From the former, the SiC powder particle which carried out particle size blending is fabricated by approaches, such as a high-pressure slip casting, as the manufacture approach of a SiC porous body, comparatively, the Plastic solid of high density (for example, 2.6 g/cm<sup>3</sup>) is heated at 2100-2450 degrees C, and the approach called the so-called recrystallizing method make association of a particle cause is used according to the acquired device which is considered to be surface diffusion or evaporation condensation.

[0004]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] However, the recrystallizing method is an approach by which a porous body is obtained by eye backlash without eburnation, therefore had the problem that the reinforcement of the porous body obtained was small. In this case, when it became a thing with that reinforcement small even when a metal etc. is infiltrated and it considers as composite material and used as a honeycomb or a filter, it damaged from lack of reinforcement and there were problems, like a use life becomes short. Therefore, improvement in the reinforcement of a SiC porous body was called for widely.

[0005] Moreover, in the recrystallization SiC porous body, the pore diameter was as small as 5-120 micrometers, and it was difficult the former for uniform sinking [ metaled ] in to obtain the complex which has a uniform organization difficult therefore moreover, since the distribution width of face of a pore diameter is wide.

[0006] Furthermore, as sintering acid used in order to sinter the SiC powder which is a difficulty degree of sintering, although iron (Fe), aluminum (aluminum), a tungsten (W), oxygen (O), etc. are known, causing a rapid fall on the strength is known for the elevated temperature [ sintered compact / using such sintering acid ]. Therefore, even if it is the purpose used in the temperature requirement where such a fall on the strength does not take place, as for addition of sintering acid, from the point which raises dependability, lessening is desirable.

[0007] The place which it is made in view of the trouble of the conventional technique mentioned above, and is made into the purpose has it in offering a strong large SiC porous body and its strong manufacture approach, although the pore diameter of this invention itself is large, and its distribution width of face of a pore diameter is narrow as compared with the SiC porous body by the conventional recrystallizing method and it is high porosity.

[0008]

[Means for Solving the Problem] That is, according to this invention, while having the four-point flexural strength of the range of 10-40MPa, SiC porous body \*\* characterized by being distributed over the range

whose pore diameter is 5-60 micrometers, and having 30 - 50% of porosity is offered.

[0009] In the SiC porous body of this invention, SiC purity is suitably made into 98% or more. Moreover, when based on the any value which is within the limits of 20 micrometers - 40 micrometers, that whose pore which has a pore diameter within the limits of the reference value of  $\approx 10$  micrometers is the structure of occupying more than 90 volume % of all pores is desirable.

[0010] moreover, according to this invention, as an approach of manufacturing such a SiC porous body The SiC particle whose particle size is 10-50 micrometers is included five to 95% of the weight, including the SiC particle whose particle size is 1-5 micrometers five to 30% of the weight. Into the mixture which it comes to contain zero to 70% of the weight, the SiC particle whose particle size is 100-150 micrometers The shaping raw material which comes to add 3 - 20% of the weight of a binder and water, or an organic solvent by the outside ratio to the weight of the mixture concerned After fabricating so that it may have 1.6-2.2g /of consistencies of 3 cm, it pretreats at the temperature of 550 degrees C or less in inert gas or an atmospheric-air ambient atmosphere. Furthermore, manufacture approach  $\approx$  of the SiC porous body characterized by calcinating for 0.5 to 5 hours in 2200 degrees C - 2500 degrees C, atmospheric pressure, and Ar ambient atmosphere is offered.

[0011] In the manufacture approach of the SiC porous body of this invention, it is desirable to make into 98% or more purity of the SiC particle which is a shaping raw material on the whole. Moreover, it is desirable to also make a shaping raw material add and contain 3 - 10% of the weight of carbon powder by the outside ratio to the weight of the mixture of a SiC particle. Furthermore, as for the compacting pressure of a shaping raw material, being referred to as 10-50MPa is desirable.

[0012]

[Embodiment of the Invention] It cannot be overemphasized that it is not that by which this invention is limited to the gestalt of the following operations hereafter although the SiC porous body of this invention and the gestalt of operation of the manufacture approach are explained to a detail.

[0013] In manufacture of the SiC porous body of this invention, the SiC particle of two or more classes from which particle size distribution differs is mixed and used. Here, it prepares so that the SiC particle (particle in SiC) whose particle size is 10-50 micrometers may occupy 30 - 95% of the weight of the whole SiC particle, and so that the SiC particle (SiC particle) whose particle size is 1-5 micrometers may occupy 5 - 30% of the weight of the whole SiC particle, and the SiC particle (SiC coarse grain) whose particle size is 100-150 micrometers may occupy 0 - 50% of the weight of the whole SiC particle.

Therefore, although it is not necessarily required to use SiC coarse grain, in order to obtain a SiC porous body with a large pore diameter, it is desirable to use the SiC coarse grain of the specified quantity.

[0014] In addition, as for the purity of these SiC(s) particle used as a shaping raw material, it is desirable to consider as 98% or more on the whole. The SiC particle which has such purity for example, the alpha-SiC block of the high grade by the Acheson process After carrying out coarse grinding using Fe mill etc., further, using a tumbling mill, a vibration mill, an air-current grinder, etc., carry out grinding processing so that it may have a predetermined particle size, and it sifts out using the various classification approaches, for example, an air-current type classifier etc., if needed after that. It can obtain by acid treatment's removing the impurity slack Fe and aluminum, and removing a silica ( $\text{SiO}_2$ ), respectively and finally, carrying out rinsing processing by alkali treatment.

[0015] Into the mixture of a SiC particle with which these particle size distribution differs, 3 - 20% of the weight of a binder and water, or an organic solvent is added by the outside ratio to the weight of the mixture, and a shaping raw material is produced into it. These water or an organic solvent is evaporated after mixing of a binder. In this way, a shaping raw material will be produced as granulation powder.

[0016] Here, although often being mixed beforehand is desirable as for the mixture of a SiC particle, a binder and water, or an organic solvent is added, and since the processing mixed so that it may become uniform is naturally required, the mixture of a SiC particle does not necessarily need to be mixed before addition of a binder and water, or an organic solvent.

[0017] In addition, as a binder, polyvinyl alcohol (PVA), methyl cellulose (MC), an iso van, polyethyleneimine, etc. are used suitably. In order to prevent mixing of an impurity, as for water, it is desirable to use distilled water, ion exchange water, or purified water, and as an organic solvent, alcohol, such as a methanol and ethanol, is used suitably.

[0018] By the way, in adding a binder, water, etc., it is desirable to also make the mixture of a SiC particle add and contain 3 - 10% of the weight of carbon powder by the outside ratio to the weight of the mixture of a SiC particle. Such carbon powder can also be made burned down in pretreatment in baking so that it may mention later. In that case, carbon powder is contributed to increase of porosity, or reservation of pore.

[0019] The shaping raw material produced as mentioned above is fabricated so that it may have the consistency of 1.6 - 2.2 g/cm<sup>3</sup>. As the shaping approach, press-forming methods (1 shaft press forming, CIP shaping, etc.) are used suitably. In order to obtain such a shaping consistency, as for the compacting pressure of a shaping raw material, being referred to as 10-50MPa is desirable.

[0020] The produced Plastic solid is pretreated at the temperature of 550 degrees C or less in inert gas or an atmospheric-air ambient atmosphere. Here, processing in an inert gas ambient atmosphere is adopted when carbon powder is not added in a shaping raw material, and when carbon powder is added, it needs to perform processing in an atmospheric-air ambient atmosphere. Since it becomes difficult in an inert gas ambient atmosphere for carbon powder to remain in a Plastic solid and to maintain predetermined SiC purity, when carbon powder is added, it is because it is necessary to make this burned down.

[0021] In addition, although the carbon component which the added binder carbonized and produced in processing in an inert gas ambient atmosphere will remain in a Plastic solid, in the SiC porous body of this invention, such a carbon component of a minute amount reduces SiC purity below to a predetermined value, or a fall etc. does not carry out [ component ] reinforcement. On the other hand, when processing in an atmospheric-air ambient atmosphere, the carbon component of a binder will also be burned down.

[0022] 550 degrees C of changing the maximum temperature in this pretreatment which is a maximum temperature in pretreatment are possible, mainly if it is the range where it sets up as an upper limit of the temperature from which oxidation of SiC does not arise, and such effectiveness is acquired in processing in an atmospheric-air ambient atmosphere while carbon powder is burned down. What is necessary is for the minimum temperature to be the range where the effectiveness mentioned above is acquired, and just to define it in consideration of productive efficiency etc.

[0023] After pretreatment, further, it calcinates in atmospheric pressure (one atmospheric pressure) and Ar ambient atmosphere for 0.5 to 5 hours, and the SiC porous body made into the purpose is obtained in a 2200 degrees C - 2500 degrees C temperature requirement. Of course, if an ambient atmosphere is inert gas, it can also use other classes (helium), for example, helium etc. In addition, firing time is 1 - 3 hours preferably.

[0024] In this way, it was checked that the obtained SiC porous body has the four-point flexural strength (based on JIS R1601 trial.) of the range of 10-40MPa. Moreover, a pore diameter is distributed over the range of 5-60 micrometers, and has 30 - 50% of porosity. That is, although the SiC porous body concerning this invention has a large pore diameter and is high porosity, it has such high reinforcement. In addition, the result of having measured the pore diameter using the mercury porosimeter -- it is -- a consistency -- Archimedes -- it is the result of measuring by law.

[0025] Here, the situation of pore diameter distribution of the SiC porous body obtained using the shaping raw material and baking conditions which were shown in Table 1 is shown in drawing 1 . In addition, in Table 1, the porosity and reinforcement of a SiC porous body which were obtained are written together.

[0026]

[Table 1]

粒径 1~ 5 $\mu$ m SiC微粒子	30重量%
粒径 10~ 50 $\mu$ m SiC中粒子	10重量%
粒径100~150 $\mu$ m SiC粗粒子	60重量%
粒径10~25 $\mu$ mカーボン粒子	0重量%
最高焼成温度	2300℃
最高焼成温度保持時間	3時間
SiC多孔体気孔率	39%
SiC多孔体4点曲げ強度	21MPa

[0027] As shown in drawing 1 , in the SiC porous body of this invention, pore diameter distribution shows a single peak and the magnitude is in the range of 5-60 micrometers. When based on the any value which is within the limits of 20 micrometers - 40 micrometers especially, the pore which has a pore diameter within the limits of the reference value of \*\*10 micrometers has the description of occupying more than 90 volume % of all pores. In drawing 1 , for example, when this reference value is set as 30 micrometers, the pore more than 90 volume % will exist among 20 micrometers - 40 micrometers.

[0028] Next, the situation of pore diameter distribution of the SiC porous body obtained using the shaping raw material and baking conditions which were shown in Table 2 is shown in drawing 2 . In addition, in Table 2, the porosity and reinforcement of a SiC porous body which were obtained were written together.

[0029]

[Table 2]

粒径 1～ 5 $\mu$ m S i C微粒子	3 0 重量%
粒径 10～ 50 $\mu$ m S i C中粒子	6 0 重量%
粒径100～150 $\mu$ m S i C粗粒子	1 0 重量%
粒径10～25 $\mu$ mカーボン粒子	5 重量%
最高焼成温度	2 3 0 0℃
最高焼成温度保持時間	3 時間
S i C多孔体気孔率	4 3 %
S i C多孔体4点曲げ強度	3 0 M P a

[0030] By drawing 2, as compared with drawing 1, pore diameter distribution is more sharp and this is considered to be large to the particle-size-distribution width of face of the SiC particle used as a raw material being narrow, and to originate in it. In addition, if the reference value of a pore diameter is set to 25 micrometers in the case of drawing 2, the pore which has a pore diameter within the limits of 15 micrometers - 35 micrometers will occupy more than 90 volume % of all pores.

[0031]

[Effect of the Invention] Although according to this invention an above-mentioned passage a pore diameter is large and porosity is large, the SiC porous body excellent in the mechanical strength is obtained. Since improvement in reinforcement is achieved even if it is the case where closed metaled sinking in if, and it was uniform, and became possible to obtain a composite material excellent in the strength property etc., and it uses as a honeycomb or a filter when this uses as a matrix into which a metal is infiltrated, dependability improves and the outstanding effectiveness that a use life becomes long is acquired.

---

[Translation done.]

\* NOTICES \*

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

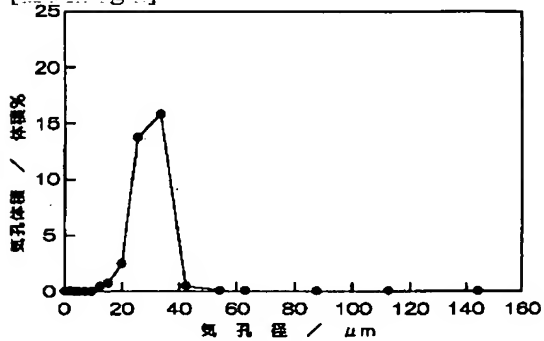
1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

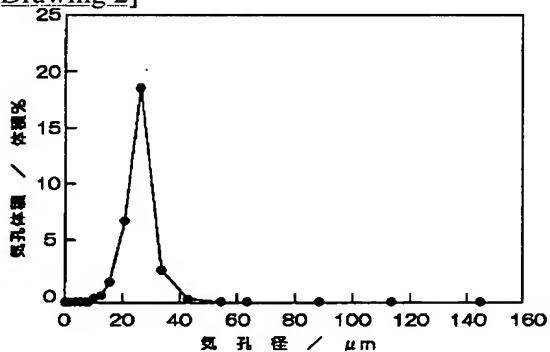
DRAWINGS

---

[Drawing 1]



[Drawing 2]



---

[Translation done.]

(19) 日本国特許庁 (JP)

## (12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開 2001-151579

(P 2001-151579A)

(43) 公開日 平成13年6月5日 (2001.6.5)

(51) Int. Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テーマコード (参考)
C 0 4 B 38/00	3 0 4	C 0 4 B 38/00 3 0 4 Z	4G001
B 2 8 B 3/00		B 2 8 B 3/00 Z	4G019
C 0 4 B 35/626		C 0 4 B 41/88 U	4G054
41/88		35/56 1 0 1 P	

審査請求 未請求 請求項の数 7

O L

(全 5 頁)

(21) 出願番号 特願平11-335575

(22) 出願日 平成11年11月26日 (1999. 11. 26)

(71) 出願人 000004064

日本碍子株式会社

愛知県名古屋市瑞穂区須田町2番56号

(72) 発明者 半澤 茂

愛知県名古屋市瑞穂区須田町2番56号 日

本碍子株式会社内

(72) 発明者 中野 健治

愛知県名古屋市瑞穂区須田町2番56号 日

本碍子株式会社内

(74) 代理人 100088616

弁理士 渡邊 一平

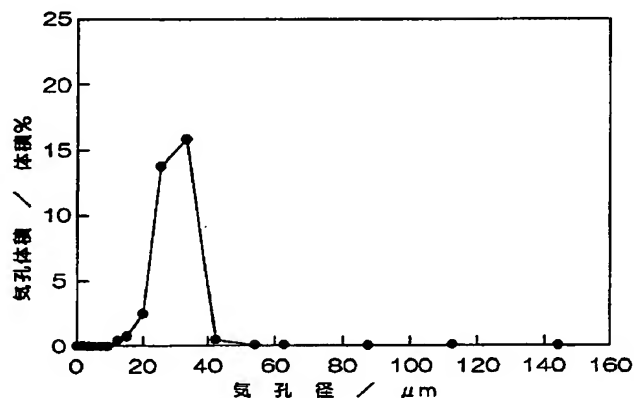
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 S i C 多孔体及びその製造方法

(57) 【要約】

【課題】 各種金属等を含浸するマトリックス材として好適に用いられる S i C 多孔体であって、気孔径の分布幅が狭く、機械的強度の大きい S i C 多孔体及びその製造方法を提供する。

【解決手段】 本発明の S i C 多孔体は、10～40 MPa の範囲の4点曲強度を有すると共に、気孔径が5～60  $\mu$ m の範囲に分布し、且つ、30～50% の気孔率を有する。





## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 10～40 MPa の範囲の 4 点曲強度を有すると共に、気孔径が 5～60  $\mu\text{m}$  の範囲に分布し、且つ、30～50% の気孔率を有することを特徴とする SiC 多孔体。

【請求項 2】 SiC 純度が 98% 以上であることを特徴とする請求項 1 記載の SiC 多孔体。

【請求項 3】 20  $\mu\text{m}$ ～40  $\mu\text{m}$  の範囲内にある任意の値を基準としたときに、当該基準値  $\pm 10 \mu\text{m}$  の範囲内に気孔径を有する気孔が、全気孔の 90 体積%以上を占めることを特徴とする請求項 1 又は 2 記載の SiC 多孔体。

【請求項 4】 粒径が 1～5  $\mu\text{m}$  の SiC 粒子を 5～30 重量% 含み、粒径が 10～50  $\mu\text{m}$  の SiC 粒子を 5～95 重量% 含み、粒径が 100～150  $\mu\text{m}$  の SiC 粒子を 0～70 重量% 含んでなる混合物に、当該混合物の重量に対して外比で 3～20 重量% のバインダ及び水若しくは有機溶媒を添加してなる成形原料を、

1.6～2.2  $\text{g}/\text{cm}^3$  の密度を有するように成形した後、不活性ガス若しくは大気雰囲気中にて 550℃ 以下の温度で前処理し、更に、2200℃～2500℃、大気圧、Ar 雰囲気中で 0.5～5 時間焼成することを特徴とする SiC 多孔体の製造方法。

【請求項 5】 前記 SiC 粒子の純度が、全体で 98% 以上であることを特徴とする請求項 4 記載の SiC 多孔体の製造方法。

【請求項 6】 前記成形原料に、前記 SiC 粒子の混合物の重量に対して、外比で 3～10 重量% のカーボン粉末が添加されていることを特徴とする請求項 4 又は 5 記載の SiC 多孔体の製造方法。

【請求項 7】 前記成形原料の成形圧力が、10～50 MPa であることを特徴とする請求項 4～6 のいずれか一項に記載の SiC 多孔体の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、ヒートシンクや耐熱機械部品等として好適に用いられる材料において、各種金属等を含浸するマトリックス材として好適に用いられる SiC 多孔体であって、気孔径の分布幅が狭く、機械的強度の大きい SiC 多孔体及びその製造方法に関する。

## 【0002】

【従来の技術】 炭化珪素 (SiC) は、高硬度、高耐摩耗性、高焼付け性、高耐食性、高熱伝導率、低比重といった優れた特性を有する。その緻密な焼結体は、高い機械的強度 (以下、「強度」と略す。) をも有し、そのため、メカニカルシール摺動材やラジエントチューブ、エンジン部品、焼成炉用棚板等の広範な分野で使用されるに至っている。

【0003】 一方、SiC の多孔体 (多孔質焼結体)

は、金属との複合材料を形成する際のマトリックスやハニカム構造体、或いはフィルター等として用いられている。従来から、SiC 多孔体の製造方法としては、粒度配合した SiC 粉末粒子を、高圧鑄込み成形等の方法により成形し、得られた比較的高密度 (例えば、2.6  $\text{g}/\text{cm}^3$ ) の成形体を、2100～2450℃ で加熱し、表面拡散或いは蒸発凝縮と考えられる機構により、粒子の結合を起こさせる、いわゆる再結晶法と呼ばれる方法が用いられている。

## 【0004】

【発明が解決しようとする課題】 しかしながら、再結晶法は緻密化を伴わないがために多孔体を得られる方法であり、従って、得られる多孔体の強度が小さいという問題があった。この場合、金属等を含浸させて複合材料とした場合でも、その強度が小さなものとなり、また、ハニカムやフィルターとして用いた場合には、強度の不足から破損し、使用寿命が短くなる等の問題があった。そのため、SiC 多孔体の強度の向上が、広く求められていた。

## 【0005】

また、再結晶 SiC 多孔体においては、気孔径が 5～120  $\mu\text{m}$  と小さく、しかも気孔径の分布幅が広いために、金属等の均一な含浸が困難であり、従って、均一な組織を有する複合体を得ることがこれまで困難であった。

## 【0006】

更に、難焼結性である SiC 粉末を焼結するために使用される焼結助剤として、鉄 (Fe) やアルミニウム (Al)、タングステン (W)、酸素 (O) 等が知られているが、このような焼結助剤を用いた焼結体は高温で急激な強度低下を起こすことが知られている。

## 【0007】

従って、このような強度低下が起こらない温度範囲で使用する目的であっても、信頼性を向上させる点からは、焼結助剤の添加は少なくすることが好ましい。

## 【0008】

本発明は、上述した従来技術の問題点を鑑みてなされたものであり、その目的とするところは、従来の再結晶法による SiC 多孔体と比較して、気孔径そのものが大きく、且つ気孔径の分布幅が狭く、高気孔率であるが強度の大きい SiC 多孔体及びその製造方法を提供することにある。

## 【0009】

【課題を解決するための手段】 即ち、本発明によれば、10～40 MPa の範囲の 4 点曲強度を有すると共に、気孔径が 5～60  $\mu\text{m}$  の範囲に分布し、且つ、30～50% の気孔率を有することを特徴とする SiC 多孔体、が提供される。

## 【0010】

この本発明の SiC 多孔体においては、SiC 純度は、好適には、98% 以上とされる。また、20  $\mu\text{m}$ ～40  $\mu\text{m}$  の範囲内にある任意の値を基準としたときに、基準値  $\pm 10 \mu\text{m}$  の範囲内に気孔径を有する気孔が、全気孔の 90 体積%以上を占める構造であるものが、好ましい。

【0010】 また、本発明によれば、このようなSiC多孔体を製造する方法として、粒径が1~5 $\mu$ mのSiC粒子を5~30重量%含み、粒径が10~50 $\mu$ mのSiC粒子を5~95重量%含み、粒径が100~150 $\mu$ mのSiC粒子を0~70重量%含んでなる混合物に、当該混合物の重量に対して外比で3~20重量%のバインダ及び水若しくは有機溶媒を添加してなる成形原料を、1.6~2.2g/cm<sup>3</sup>の密度を有するように成形した後、不活性ガス若しくは大気雰囲気中にて550℃以下の温度で前処理し、更に、2200℃~2500℃、大気圧、Ar雰囲気中で0.5~5時間焼成することを特徴とするSiC多孔体の製造方法、が提供される。

【0011】 本発明のSiC多孔体の製造方法においては、成形原料であるSiC粒子の純度を、全体で98%以上とすることが好ましい。また、成形原料には、SiC粒子の混合物の重量に対して、外比で3~10重量%のカーボン粉末を添加し、含有させることも好ましい。更に、成形原料の成形圧力は、10~50MPaとすることが好ましい。

#### 【0012】

【発明の実施の形態】 以下、本発明のSiC多孔体及びその製造方法の実施の形態について詳細に説明するが、本発明が以下の実施の形態に限定されるものでないことはいうまでもない。

【0013】 本発明のSiC多孔体の製造に当たっては、粒径分布の異なる複数の種類のSiC粒子を混合して用いる。ここで、粒径が1~5 $\mu$ mのSiC粒子（SiC微粒子）が、SiC粒子全体の5~30重量%を占めるように、粒径が10~50 $\mu$ mのSiC粒子（SiC中粒子）が、SiC粒子全体の30~95重量%を占めるように、また、粒径が100~150 $\mu$ mのSiC粒子（SiC粗粒子）がSiC粒子全体の0~50重量%を占めるように、調製する。従って、SiC粗粒子を用いることは必ずしも必要ではないが、気孔径の大きいSiC多孔体を得るために、所定量のSiC粗粒子を用いることは好ましい。

【0014】 なお、成形原料となるこれらSiC粒子の純度は、全体で98%以上とすることが好ましい。このような純度を有するSiC粒子は、例えば、アチソン法による高純度の $\alpha$ -SiCブロックを、Feミル等を用いて粗粉碎した後、更に必要に応じて、回転ミルや振動ミル、気流粉碎機等を用いて、所定の粒径を有するように粉碎処理し、その後種々の分級方法、例えば、気流式分級機等を用いて篩い分けして、最終的に、酸処理によって不純物たるFeやAlを除去し、また、アルカリ処理によってシリカ（SiO<sub>2</sub>）をそれぞれ除去して、水洗処理することにより、得ることができる。

【0015】 これら粒径分布の異なるSiC粒子の混合物に、その混合物の重量に対して外比で3~20重量

%のバインダ及び水若しくは有機溶媒を添加して成形原料を作製する。これら水若しくは有機溶媒は、バインダの混合後に蒸発させる。こうして、成形原料は造粒粉として作製されることとなる。

【0016】 ここで、SiC粒子の混合物は、予めよく混合されていることが好ましいが、バインダ及び水若しくは有機溶媒を加えて、均一となるように混合する処理が当然に必要なことから、SiC粒子の混合物は、必ずしもバインダ及び水若しくは有機溶媒の添加の前に混合されている必要はない。

【0017】 なお、バインダとしては、ポリビニルアルコール（PVA）やメチルセルロース（MC）、イソバン、ポリエチレンイミン等が好適に用いられる。水は不純物の混入を防ぐために蒸留水若しくはイオン交換水或いは精製水を用いることが好ましく、有機溶媒としては、メタノール、エタノール等のアルコールが好適に用いられる。

【0018】 ところで、バインダや水等を加えるに当たって、SiC粒子の混合物に、SiC粒子の混合物の重量に対して、外比で3~10重量%のカーボン粉末を添加し、含有させることも好ましい。このようなカーボン粉末は、後述するように、焼成における前処理において、焼失させることもできる。その場合には、カーボン粉末は、気孔率の増大や気孔の確保に寄与する。

【0019】 上述のようにして作製した成形原料を、1.6~2.2g/cm<sup>3</sup>の密度を有するように成形する。成形方法としては、プレス成形法（一軸プレス成形、CIP成形等）が好適に用いられる。このような成形密度を得るために、成形原料の成形圧力は、10~50MPaとすることが好ましい。

【0020】 作製した成形体は、不活性ガス若しくは大気雰囲気中にて、550℃以下の温度で前処理する。ここで、不活性ガス雰囲気での処理は、成形原料にカーボン粉末を添加していない場合に採用され、カーボン粉末が添加されている場合には、大気雰囲気での処理を行う必要がある。不活性ガス雰囲気では、カーボン粉末が成形体中に残留し、所定のSiC純度を保つことが困難となるため、カーボン粉末を添加した場合には、これを焼失させる必要があるからである。

【0021】 なお、不活性ガス雰囲気での処理の場合、添加されたバインダが炭化して生じたカーボン成分は、成形体中に残留することとなるが、このような微量のカーボン成分は、本発明のSiC多孔体において、SiC純度を所定値以下に低減させ、或いは強度を低下等させるものではない。一方、大気雰囲気での処理する場合には、バインダのカーボン成分もまた焼失することとなる。

【0022】 前処理における最高温度である550℃とは、主には、大気雰囲気での処理において、カーボン粉末が焼失すると共に、SiCの酸化が起こらない温度

10

20

30

40

50

の上限として設定したものであり、このような効果が得られる範囲であれば、この前処理における最高温度を変更することは可能である。その下限温度は、前述した効果が得られる範囲で、生産効率等を考慮して定めればよい。

【0023】 前処理後には、更に、2200℃～2500℃の温度範囲で、大気圧（1気圧）、Ar雰囲気中で0.5～5時間焼成して、目的とするSiC多孔体を得る。勿論、雰囲気は、不活性ガスであれば他の種類、例えば、ヘリウム（He）等を用いることも可能である。なお、焼成時間は、好ましくは1～3時間である。

【0024】 こうして得られたSiC多孔体は、10～40MPaの範囲の4点曲げ強度（JIS R1601

粒径 1～ 5 $\mu$ m SiC微粒子	30重量%
粒径 10～ 50 $\mu$ m SiC中粒子	10重量%
粒径100～150 $\mu$ m SiC粗粒子	60重量%
粒径10～25 $\mu$ mカーボン粒子	0重量%
最高焼成温度	2300℃
最高焼成温度保持時間	3時間
SiC多孔体気孔率	39%
SiC多孔体4点曲げ強度	21MPa

【0027】 図1に示されるように、本発明のSiC多孔体においては、気孔径分布はシングルピークを示し、その大きさは5～60 $\mu$ mの範囲にある。特に、20 $\mu$ m～40 $\mu$ mの範囲内にある任意の値を基準としたときに、基準値±10 $\mu$ mの範囲内に気孔径を有する気孔が、全気孔の90体積%以上を占めるという特徴を有する。図1では、例えば、この基準値を30 $\mu$ mに設定すると、20 $\mu$ m～40 $\mu$ mの間に90体積%以上の気

粒径 1～ 5 $\mu$ m SiC微粒子	30重量%
粒径 10～ 50 $\mu$ m SiC中粒子	60重量%
粒径100～150 $\mu$ m SiC粗粒子	10重量%
粒径10～25 $\mu$ mカーボン粒子	5重量%
最高焼成温度	2300℃
最高焼成温度保持時間	3時間
SiC多孔体気孔率	43%
SiC多孔体4点曲げ強度	30MPa

【0030】 図2では、図1と比較して、気孔径分布がよりシャープであり、これは原料として使用したSiC粒子の粒径分布幅が狭いことに大きく、起因していると考えられる。なお、図2の場合においては、気孔径の基準値を25 $\mu$ mとすると、15 $\mu$ m～35 $\mu$ mの範囲内に気孔径を有する気孔が、全気孔の90体積%以上を占める。

【0031】

【発明の効果】 上述の通り、本発明によれば、気孔径が大きく、また気孔率が大いにもかかわらず、機械的強度に優れたSiC多孔体が得られる。これにより、金

試験による。)を有することが確認された。また、気孔径は、5～60 $\mu$ mの範囲に分布し、且つ、30～50%の気孔率を有する。即ち、本発明に係るSiC多孔体は、気孔径が大きく、高気孔率であるにもかかわらず、このような高い強度を有するものである。なお、気孔径は水銀ポロシメータを用いて測定した結果であり、密度はアルキメデス法により測定した結果である。

【0025】 ここで、表1に示した成形原料及び焼成条件を用いて得られたSiC多孔体の気孔径分布の様子を図1に示す。なお、表1には、得られたSiC多孔体の気孔率及び強度を併記している。

【0026】

【表1】

孔が存在することとなる。

【0028】 次に、表2に示した成形原料及び焼成条件を用いて得られたSiC多孔体の気孔径分布の様子を図2に示す。なお、表2には、得られたSiC多孔体の気孔率及び強度を併記した。

【0029】

【表2】

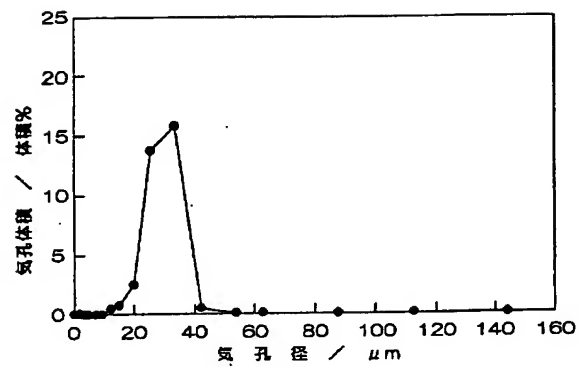
属を含浸させるマトリックスとして用いた場合には、金属の含浸を容易ならしめ、均一で強度特性等にも優れた複合材料を得ることが可能となり、また、ハニカムやフィルターとして用いた場合であっても、強度の向上が図られているので、信頼性が向上し、使用寿命が長くなるといった優れた効果が得られる。

【図面の簡単な説明】

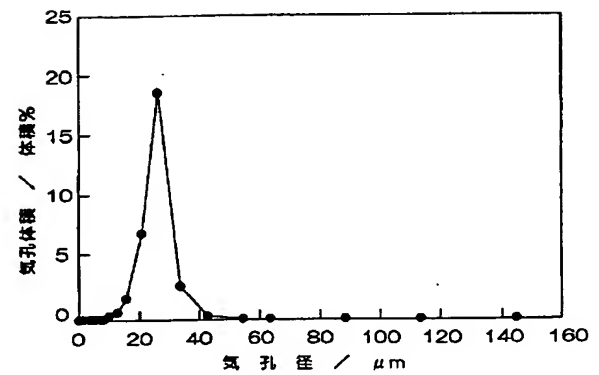
【図1】 本発明に係るSiC多孔体の気孔分布の一例を示すグラフ（図）である。

【図2】 本発明に係るSiC多孔体の気孔分布の別の例を示すグラフ（図）である。

【図1】



【図2】



フロントページの続き

(72) 発明者 古宮山 常夫  
愛知県名古屋市瑞穂区須田町2番56号 日  
本碍子株式会社内

F ターム (参考) 4G001 BA22 BB22 BC17 BC23 BC52  
BD13 BE33 BE34  
4G019 GA04  
4G054 AA06 AA09 BA02 BE01